(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-109345

(43)公開日 平成8年(1996)4月30日

(51) Int.Cl. ⁸ C 0 9 D 11/00 B 4 1 J 2/01 C 0 9 D 11/10	武別記号 庁内整理番号 PSZ PTV	FΙ	技術表示箇所
C 0 9 D 11/10	1 1 4	B41J	3/ 04 1 0 1 Y
		審査請求	未請求 請求項の数4 OL (全 7 頁)
(21)出願番号	特願平6-244463	(71) 出顧人	000224123 藤倉化成株式会社
(22)出顧日	平成6年(1994)10月7日	(71) 出顧人	東京都板橋区蓮根3丁目25番3号
			信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号
		(72)発明者	枝村 一弥 東京都港区芝公園2丁目6番15号 藤倉化 成株式会社本社事務所内
		(72)発明者	
		(74)代理人	206 弁理士 志賀 正武 (外2名)
	-	(14/10年八	中理士 志賀 正武 (外2名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インク組成物

(57) 【要約】

【目的】 粒子分散型電気レオロジー流体をインクジェット記録用インクとして使用する際に、その電気レオロジー流体の分散媒としてインクジェット記録に好適な低粘度、高揮発性、高比重の分散媒を得る。

【構成】 下記一般式 (I) で表され、25℃での比重が 1.00~1.50、沸点が 50~300℃のフッ素変性シリコーンオイルを分散媒とする。

【化1】

$$[R_a^1 R_b^2 SiO \frac{4-a-b}{2}]_n$$

 $(R^1$ はフッ素基含有アルキル基、 R^2 は炭素数1~6の1価の炭化水素基、a+bは1.9~3.0、nは2~10までの数である。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(Ⅰ)で表され、25℃にお ける比重が1.00~1.50で、沸点が50~300 ℃であるフッ素変性シリコーンオイルに誘電体粒子を分 散してなる粒子分散型電気レオロジー流体を含有するイ ンクジェット記録用インク組成物。

【化1】

$$[R_a^1 R_b^2 SiO \frac{4-a-b}{2}]_n$$

 $(R^1 はフッ素基含有アルキル基、<math>R^2 は炭素$ 数1~6の1価の炭化水素基、a+bは 1.9~3.0、nは2~10までの数である。)

【請求項2】 上記誘電体粒子が、有機高分子化合物か らなる芯体と電気レオロジー効果を有する無機物からな る表層とによって構成された無機・有機複合粒子である 請求項1記載のインクジェット記録用インク組成物。

【請求項3】 上記電気レオロジー効果を有する無機物 が、無機イオン交換体、シリカゲルおよび電気半導体性 無機物のうちから選択される1種以上である請求項2記 載のインクジェット記録用インク組成物。

【請求項4】 上記フッ素変性シリコーンオイルの25 ℃における比重が1.05~1.25であり、沸点が9 0~200℃である請求項1記載のインクジェット記録 用インク組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】この発明は、インクジェットプリ ンターなどのインクジェット記録方式に用いられるイン ク組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】インクジェット記録方式に用いられるイ ンクとして、電気レオロジー流体(以下、ER流体と略 記する。)を用いる技術が既に提案されている(日本印 刷学会誌, 第29巻, 第3号, 第320~328頁(1 992年)、電子写真学会誌,第32巻,第3号,第2 30~235頁(1993年)、特開平6-11509 4号公報等参照)。

【0003】この技術は、ER流体の電界印加による見 かけの粘性増大効果を利用し、このER流体をインクと 40 して利用するものである。図2は、この技術を模式的に 示すもので、狭いノズル1内に加圧されたER流体から なるインク2が供給される。ノズル1の先端部は絞られ てオリフィス状の噴射口3となっている。ノズル1には 相対向する1対の電極4、4が設けられており、これら 電極4、4によりノズル1内のインク2に電界が印加さ れるようになっている。

【0004】今、電極4,4に電圧を印加すると、ノズ ル1内のインク2の粘性が瞬時に大きく増加し、このた めインク2が加圧されているにもかかわらず、インク2 50 しくなり、1.50を越えると逆にER粒子が浮上し、

は噴射口3から噴出することがない。ついで、電圧印加 を停止すると、インク2の粘性が瞬時に元に戻り、加圧 カによってインク2が液滴5となって噴射口3から噴出 することになる。かくして、電極4, 4への電圧印加の オン/オフでインク2の噴出口3からの噴出を制御でき ることになり、オンデマンド方式のインクジェット記録 が行えるものである。

【0005】ところで、インクジェット記録用インクに 要求される特性を考慮すると、第1にスムースな液滴の 10 形成のためにインクの分散媒は低粘度でなければならな い。第2に速乾性であるために分散媒は高揮発性でなけ ればならない。したがって、上述のようにER流体をイ ンクジェット記録用インクに用いるには、ER流体の分 散媒も当然低粘度で高揮発性でなければならない。

【0006】このような要求を満たす分散媒はどうして も分子量の小さなものとなってしまい、このようなもの は自ずと低比重となる。ER流体の分散媒が低比重であ ると、誘電体粒子を分散媒に分散した粒子分散型ER流 体では、誘電体粒子の沈降の問題が表れる。したがっ て、粒子分散型ER流体をインクジェット記録用インク に利用する場合には、ER流体を構成する分散媒には低 粘度、高揮発性、高比重であることが要求される。

[0007]

【発明が解決しようとする課題】よって、この発明にお ける課題は、インクジェット記録用インクとして用いら れる粒子分散型ER流体の分散媒として好適な低粘度、 高揮発性、高比重の分散媒を得ることにある。

[0008]

【課題を解決するための手段】かかる課題は、特定の化 学構造を有するフッ素変性シリコーンオイルを用いるこ とで解決される。

【0009】以下、この発明を詳しく説明する。この発 明のインクジェット記録用インク組成物は、ER流体を 必須成分とするもので、このER流体は下記一般式

(I)で表される化学構造を有し、かつその25℃にお ける比重が1.00~1.50で、沸点が50~300 ℃である揮発性フッ素変性シリコーンオイルを分散媒と し、これに誘電体粒子(以下、ER粒子と略記する。) を分散したものである。

[0010]

【化2】

$$[R_a^1 R_b^2 SiO \frac{4-a-b}{2}]_n$$

(R¹はフッ素基含有アルキル基、R²は炭素 数1~6の1価の炭化水素基、a+bは 1.9~3.0、nは2~10までの数である。)

【0011】このフッ素変性シリコーンオイルの25℃ での比重が1.00未満であると、ER粒子の沈降が激

好ましくない。さらに好ましい比重の範囲は1.05~ 1. 25である。また、フッ素変性シリコーンオイルの 沸点が50℃未満であるとインクとしたときの乾燥が速 すぎて、ノズル内で目詰まりを起こしたりする不都合を 生じ、300℃を越えると、インクとしての乾燥性が不 足する。さらに好ましい沸点の範囲は90~200℃で ある。

【0012】さらに、フッ素変性シリコーンオイルの粘 度は、25℃の測定値で0.5~10cs程度とされ る。粘度が0.5cs未満となると、非電界時にインク がノズル先端から自然に流出してしまい、一方10 c s を越えると、インクの噴射がスムーズに行えないことに なる。好ましい粘度の範囲は1.0~5.0cs、さら には $1.5 \sim 3.0 cs$ である。また、このフッ素変性 シリコーンオイルのフッ素変性の割合は、20~70% 程度であることが好ましい。ここでのフッ素変性の割合 とはフッ素変性シリコーンオイル1分子中のフッ素原子 の重量%を言う。

【0013】このフッ素変性シリコーンオイルの合成法 としては次の方法が挙げられる。たとえば、1,3,5 ートリス(トリフロロプロピル)-1,3,5-トリメ チルトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキ サンおよびヘキサメチルジシロキサンを酸触媒存在下撹 拌することにより、側鎖にトリフロロプロピル基を有す るフッ素変性シリコーンオイルが得られる。また、1, 3, 5-トリス(トリフロロプロピル)-1, 3, 5-トリメチルトリシロキサンと、グリニャール試薬たとえ ばメチルマグネシウムクロライドとを、テトラヒドロフ ラン溶媒還流下反応させ、その後水添加することにより ヒドロキシシランを得た後、これ単独または末端ヒドロ 30 キシシリコーンと共に酸性下加熱し末端にトリフロロプ ロピル基を有するフッ素変性シリコーンを合成すること ができる。

【0014】そして、このフッ素変性シリコーンオイル の具体的なものとしては、例えば信越化学工業株式会社 から製造販売されている商品名「X-22-1058」 などが挙げられる。また、この発明では、上述の構造式 で示されるフッ素変性シリコーンオイルを2種以上混合 して、その混合物の比重、粘度および沸点が上述の範囲 内に収まるようにして使用することもできる。

【0015】この本発明で用いられるER粒子として は、特に限定されず、従来のER流体において使用され てきた電気レオロジー効果を示すもの、例えばシリカ粉 末、アルミナ粉末、酸化チタン粉末、プラスチック粒 子、小麦粉、コーンスターチなど挙げられるが、この発 明で好適なER粒子としては、有機高分子化合物からな る芯体と電気レオロジー効果を有する無機物(以下、E R無機物と略記する。) からなる表層とによって形成さ れる無機・有機複合粒子が挙げられる。即ち、概念的に 図1に示すように、有機髙分子化合物からなる芯体1の 50 タン及びモリブデン酸錫等である。

表面をER無機物の微粒子2が層状に密集して被覆し、 表層3を形成しているものである。

【0016】このような無機・有機複合粒子の芯体1と. して使用し得る有機高分子化合物の例としては、ポリ (メタ) アクリル酸エステル、(メタ) アクリル酸エス テルースチレン共重合物、ポリスチレン、ポリエチレ ン、ポリプロピレン、ニトリルゴム、ブチルゴム、AB S樹脂、ナイロン、ポリビニルブチレート、アイオノマ 一、エチレン-酢酸ビニル共重合体、酢酸ビニル樹脂、 ポリカーボネート樹脂等の1種または2種以上の混合物 または共重合物を挙げることができる。

【0017】また、無機・有機複合粒子の表層3として 使用し得る好ましいER無機物は無機イオン交換体、シ リカゲルおよび電気半導体性無機物のうちから選択され る少なくとも一種からなるものである。これらはその無 機・有機複合粒子を上記フッ素変性シリコーンオイル中 に分散するとき、優れた電気レオロジー効果を現し、良 好なインクとなる。上記無機イオン交換体の例としては (1) 多価金属の水酸化物、(2) ハイドロタルサイト 類、(3)多価金属の酸性塩、(4)ヒドロキシアパタ イト、(5)ナシコン型化合物、(6)粘土鉱物、

(7) チタン酸カリウム類、(8) ヘテロポリ酸塩、及 び(9)不溶性フェロシアン化物を挙げることができ る。

【0018】次に、それぞれの無機イオン交換体につい て詳しく説明する。

(1) 多価金属の水酸化物。

これらの化合物は、一般式 MO_X (OH) $_V$ (Mは多価 金属であり、xは零以上の数であり、yは正数である) で表され、例えば、水酸化チタン、水酸化ジルコニウ ム、水酸化ビスマス、水酸化錫、水酸化鉛、水酸化アル ミニウム、水酸化タンタル、水酸化ニオブ、水酸化モリ ブデン、水酸化マグネシウム、水酸化マンガン、及び水 酸化鉄等である。ここで、例えば水酸化チタンとは含水 酸化チタン(別名メタチタン酸またはβチタン酸、Ti 〇(OH)₂)及び水酸化チタン(別名オルソチタン酸 または α チタン酸、T i(OH) $_4$)の双方を含むもの であり、他の化合物についても同様である。

【0019】(2)ハイドロタルサイト類。

これらの化合物は、一般式M₁₃A l₆(OH)₄₃(C O) 3・12H2O (Mは二価の金属である) で表され、 例えば二価の金属MがMg、CaまたはNi等である。 (3) 多価金属の酸性塩。

これらは例えばリン酸チタン、リン酸ジルコニウム、リ ン酸錫、リン酸セリウム、リン酸クロム、ヒ酸ジルコニ ウム、ヒ酸チタン、ヒ酸錫、ヒ酸セリウム、アンチモン 酸チタン、アンチモン酸錫、アンチモン酸タンタル、ア ンチモン酸ニオブ、タングステン酸ジルコニウム、バナ ジン酸チタン、モリブデン酸ジルコニウム、セレン酸チ

【0020】(4) ヒドロキシアパタイト。 これらは例えばカルシウムアパタイト、鉛アパタイト、 ストロンチウムアパタイト、カドミウムアパタイト等で ある。

(5) ナシコン型化合物。

これらには例えば(H_3O) Z_{r_2} (PO_4) $_3$ のようなものが含まれるが、本発明においては H_3O を N_a と置換したナシコン型化合物も使用できる。

(6) 粘土鉱物。

これらは例えばモンモリロナイト、セピオライト、ベントナイト等であり、特にセピオライトが好ましい。

【0021】(7) チタン酸カリウム類。

これらは一般式 a K_2 O・b T i O_2 ・n H_2 O(a は 0 < a \leq 1 を満たす正数であり、b は 1 \leq b \leq 6 を満たす正数であり、n は正数である)で表され、例えば K_2 ・T i O_2 ・2 H_2 O、 K_2 O・2 T i O_2 ・2 H_2 O、0. 5 K_2 O・T i O_2 ・2 H_2 O、及び K_2 O・2. 5 T i O 2・2 H_2 O等である。なお、上記化合物のうち、a または b が整数でない化合物は a または b が適当な整数である化合物を酸処理し、K と H とを置換することによって容易に合成される。

【0022】(8) ヘテロポリ酸塩。

これらは一般式 $H_3AE_{12}O_{40}$ ・ nH_2O (Aはリン、ヒ素、ゲルマニウム、またはケイ素であり、Eはモリブデン、タングステン、またはバナジウムであり、nは正数である)で表され、例えばモリブドリン酸アンモニウム、及びタングストリン酸アンモニウムである。

(9) 不溶性フェロシアン化物。

これらは次の一般式で表される化合物である。 M_{b-pxa} A [E (CN) $_{6}$] (Mはアルカリ金属または水素イオン、Aは亜鉛、銅、ニッケル、コバルト、マンガン、カドミウム、鉄 (III) またはチタン等の重金属イオン、Eは鉄 (II) 、鉄 (III) 、またはコバルト (II) 等であり、bは4または3であり、aはAの価数であり、pは0~b/aの正数である。)

これらには例えば、 Cs_2Zn [Fe (CN) $_6$] 及び K_2Co [Fe (CN) $_6$] 等の不溶性フェロシアン化 合物が含まれる。

【0023】上記(1)~(6)の無機イオン交換体はいずれもOH基を有しており、これらの無機イオン交換体のイオン交換サイトに存在するイオンの一部または全部を別のイオンに置換したもの(以下、置換型無機イオン交換体という)も、本発明における無機イオン交換体に含まれるものである。即ち、前述の無機イオン交換体を $R-M^1$ (M^1 は、イオン交換サイトのイオン種を表す)と表すと、 $R-M^1$ における M^1 の一部または全部を、下記のイオン交換反応によって、 M^1 とは異なるイオン種 M^2 に置換した置換型無機イオン交換体もまた、本発明における無機イオン交換体である。

 $x R - M^{1} + y M^{2} \rightarrow R x - (M^{2}) y + x M^{1}$

6

(ここでx, yはそれぞれイオン種 M^2 , M^1 の価数を表す)。 M^1 はOH基を有する無機イオン交換体の種類により異なるが、無機イオン交換体が陽イオン交換性を示すものでは、一般に M^1 は H^+ であり、この場合の M^2 はアルカリ金属、アルカリ土類金属、多価典型金属、圏移金属または希土類金属等、 H^+ 以外の金属イオンのいずれか任意のものである。OH基を有する無機イオン交換体が陰イオン交換性を示すものでは、 M^1 は一般に OH^- であり、その場合 M^2 は例えばI、CI、SC N、 NO_2 、Br、F、 CH_3COO 、 SO_4 または CrO_4 等や錯イオン等、 OH^- 以外の陰イオン全般の内の任意のものである。

【0024】また、高温加熱処理により〇日基を一旦失ってはいるが、水に浸漬させるなどの操作によって再び〇日基を有するようになる無機イオン交換体については、その高温加熱処理後の無機イオン交換体等も本発明に使用できる無機イオン交換体の一種であり、その具体例としてはナシコン型化合物、例えば(H_3O)Z r $2(PO_4)$ 3 の加熱により得られるHZ r $2(PO_4)$ 3 やハイドロタルサイトの高温加熱処理物(500~700 Cで加熱処理したもの)等がある。

【0025】これらの無機イオン交換体は一種類だけではなく、多種類を同時に表層3として用いることもできる。本発明の固有の効果を充分に発揮させるには、上記の無機イオン交換体として、多価金属の水酸化物、及び多価金属の酸性塩を用いることが特に好ましい。

【0026】また、電気半導体性無機物とは電気伝導度が室温にて $10^3\sim 10^{-1}/c$ mの半導体領域にあり、例としては、金属酸化物、金属水酸化物、または、これらおよび上述の無機イオン交換体の少なくともいずれかに金属ドーピングを施したものである。

【0027】このような無機・有機複合粒子は種々な方法によって製造することができる。例えば、有機高分子化合物からなる芯体粒子1とER無機物の微粒子2をジェット気流によって搬送し、衝突させる方法がある。この場合は芯体粒子1の表面にER無機物の微粒子2が高速度で衝突し、固着して表層3を形成する。また、別の製造例としては、芯体粒子1を気体中に浮遊させておき、ER無機物を含有する溶液を霧状にしてその表面に噴霧する方法がある。この場合はER無機物を含有する溶液が芯体粒子1の表面に付着し乾燥することによって表層3が形成される。

【0028】しかし、無機・有機複合粒子を製造する好ましい製法例は、芯体1と同時に表層3を形成する方法である。この方法は、例えば、芯体1を形成する有機高分子化合物のモノマーを重合媒体中で乳化重合、懸濁重合または分散重合するに際して、ER無機物の微粒子2を上記モノマー中または重合媒体中に存在させて行うというものである。ここでの重合媒体としては水が好ましいが、水と水溶性有機溶媒との混合物も使用でき、また

有機系の貧溶媒を使用することもできる。この方法によれば、重合媒体の中でモノマーが重合して芯体粒子1を形成すると同時に、ER無機物の微粒子2が芯体粒子1の表面に層状に配向してこれを被覆し、表層3を形成する。乳化重合または懸濁重合によって無機・有機複合粒子を製造する場合には、モノマーの疎水性の性質とER無機物の親水性の性質を組み合わせることによって、ER無機物の微粒子2の大部分を芯体粒子1の表面に配向させることができる。この芯体1と表層3との同時形成方法によれば、有機高分子化合物からなる芯体粒子1の表面にER無機物の粒子2が緻密かつ強固に接着し、堅牢な無機・有機複合粒子が形成される。

【0029】本発明に使用する無機・有機複合粒子の形状は必ずしも球形であることを要しないが、芯体粒子1が調節された乳化・懸濁重合方法によって製造された場合は、得られる無機・有機複合粒子の形状はほぼ球形となる。無機・有機複合粒子の粒径は特に限定されるものではないが、 $0.1\sim500\mu$ m、特に $5\sim200\mu$ m程度とすることが好ましい。このときのER無機物微粒子2の粒径は特に限定されるものではないが、好ましくは $0.005\sim100\mu$ mであり、さらに好ましくは $0.01\sim10\mu$ mである。

【0030】このような無機・有機複合粒子において、表層3を形成するER無機物と芯体1を形成する有機高分子化合物の重量比は特に限定されるものではないが、(ER無機物):(有機高分子化合物)比で(1~60):(99~40)の範囲、特に(4~30):(96~70)の範囲であることが好ましい。ER無機物の重量比が1%未満では得られたERF組成物のER効果が不充分であり、60%を超えると得られたERF組成物に過大な電流が流れるようになる。

【0031】上記のような各種の方法、特に芯体1と表 層3を同時に形成する方法によって製造された無機・有 機複合粒子は一般に、その表層3の全部または一部分が 有機高分子物質や、製造工程で使用された分散剤、乳化 剤その他の添加物質の薄膜で覆われていて、ER無機物 の微粒子2のER効果が充分に発揮されないことが、分 析測定の結果明らかとなった。この不活性物質の薄膜は 該粒子表面を研磨することによって除去し得る。従って 本発明のインク組成物にあっては、その表面を研磨した 40 無機・有機複合粒子が用いられるのが好ましい。ただ し、無機・有機複合粒子が芯体1を形成した後で上記の 表層3を形成する方法によって製造された場合は、表層 3の表面に不活性物質がなく、かつER無機物のER効 果が充分に大きいので、研磨は必ずしも必要としない。 【0032】この粒子表面の研磨は、種々な方法で行う ことができる。例えば、無機・有機複合粒子を水などの 分散媒体中に分散させて、これを撹拌する方法によって 行うことができる。この際、分散媒体中に砂粒やボール などの研磨材を混入して無機・有機複合粒子と共に撹拌 50 8

する方法、あるいは研削といしを用いて撹拌する方法等によって行うこともできる。例えばまた、分散媒体を使用せず、無機・有機複合粒子と上記のような研磨材、研削といしを用いて乾式で撹拌して行うこともできる。さらに好ましい研磨方法は、無機・有機複合粒子をジェット気流等によって気流撹拌する方法である。これは該す子自体を相互に気相において激しく衝突させて研磨する方法であり、他の研磨材を必要とせず、粒子表面から剥離した不活性物質を分級によって容易に分離し得る点で好ましい方法である。上記のジェット気流撹拌においては、それに用いられる装置の種類、撹拌速度、無機・有機複合粒子の材質等により研磨条件を特定するのが難しいが、一般的には6000rpmの撹拌速度で0.5~15分程度ジェット気流撹拌するのが好ましい。

【0033】この発明のインクジェット記録用インク組成物は、上記ER粒子を分散剤、着色剤などの他の添加物とともに上記フッ素変性シリコーンオイル中に均一に混合、分散させることによって得られる。ER粒子の分散には液状分散媒に固体粒子を分散させるために通常の形使用できる。この発明のインク組成物中のER粒子の含有率は、特に限定されることはないが、通常 $1.0\sim60$ 重量%、好ましくは $10\sim40$ 重量%とされる。1.0 重量%未満ではER効果の発現が乏しく、インクジェット記録用インクとして機能しなくなり、60 重量%を越えると非電界印加時の組成物の粘度が過大となってインクとしての流動性を失い、同様にインクジェット記録用インクとして機能しなくなる。

【0034】また、本インク組成物で用いられる着色剤

としては、黒色以外にカラー記録用として、シアン、マ ゼンダ、イエローの各色のものが用いられ、上記フッ素 変性シリコーンオイルに溶解する有機染料や着色、顔料 等の色素が用いられる。着色剤の添加量は、インク組成 物全量の0.01~10重量%の範囲で適宜選ばれる。 【0035】また、本発明にあっては、ER粒子自体を その製造時などにおいて、予め着色しておき、この着色 ER粒子をフッ素変性シリコーンオイルに分散させても よい。この場合、ER粒子が上述の無機・有機複合粒子 の時には、高分子芯体1および/または表層3に色素を 用いることによって、それぞれ着色できる。高分子芯体 1の着色には、高分子化合物の着色に通常使用される着 色顔料や染料を用いることができ、表層3の着色には粒 子2の電気レオロジー効果に悪影響を与えない着色顔料 や染料が使用される。よって、この着色ER粒子を上述 着色フッ素変性シリコーンオイル中に分散させることに より、得られるインクジェット記録用インク組成物は任 意に着色が可能である。さらに、本発明のインク組成物 にあっては、必要に応じ、例えば鉱油、有機溶剤、低分 子量合成樹脂、高級アルコール、着色安定剤、粘度調整 剤、乾燥調整剤、酸化防止剤等の種々の添加剤を適宜添

加することができる。

【0036】以下、具体例を示す。

(実施例1) 水酸化チタン(一般名;含水酸化チタン, 石原産業株式会社製、C-II) 40g、アクリル酸プチ ル300g、1、3-プチレングリコールジメタクリレ ート100g及び重合開始剤の混合物を、第三リン酸力 ルシウム25gを分散安定剤として含有する1800m 1の水中に分散し、60℃で1時間撹拌下に懸濁重合を 行った。得られた生成物を濾過、酸洗浄し、さらに水洗 後乾燥して無機・有機複合粒子を得た。この複合粒子を ジェット気流撹拌機(株式会社奈良機械製作所製,ハイ 10 ブリダイザー) を用いて4000rpmで3分間ジェッ*

【0039】このインク組成物を二重円筒型回転粘度計 に入れ、25℃において内外円筒間に直流電圧2kV/ mmを印加し、内筒電極に回転力を与え、各剪断速度

(s-1) における剪断応力 (Pa)、及び各剪断速度測 20 定時における内外円筒間の電流値(μA/cm²)を測 定した。また無電圧印加時の各剪断速度(s-l)におけ る剪断応力 (Pa) も測定した。結果を表1に示す。

[0040]

【表1】

	前座点去		
剪断速度	剪断応力(Pa)		電流密度
(1/S)	E = 0	E = 2kV/nm	$(\mu A/cm^2)$
890 5320 191 115 40.9 14.2	25.2 14.6 10 - - -	6772588 55554449	<u> </u>

【0041】(実施例2)実施例1で作成したインク組 成物を密栓付き透明容器に入れ、室温に放置してその沈 降状況を目視によって評価した。

(比較例1) 実施例1で得られた表面研磨してなる無機 ・有機複合粒子を、灯油を分散媒として用い、含有率3 3重量%となるように均一に分散し比較例1のインク組 成物を得た。これを実施例2と同様に密栓付き透明容器 40 に入れ、その沈降状況を目視によって評価した。結果を 表2に示す。

[0042]

【表2】

	実施例2	比較例1
10分後	۵	0
20分後	•	Δ
30分後		×

10

*ト気流撹拌し、表面研磨してなる無機・有機複合粒子 (ER粒子) を得た。このものの含水率はカールフィッ シャー滴定法で0.65重量%であった。また、平均粒・ 径は16. 4 μmであった。

【0037】このER粒子を、粘度が1.8cs/25 ℃、比重1. 086/25℃、沸点187℃、屈折率 1. 363/25℃なる下記構造式の揮発性フッ素変性 シリコーンオイル中に、その含有率33重量%となるよ うに均一に分散し、実施例1のインク組成物を得た。

【化3】 $Si-(CH_2)_2-CF_3$

[0038]

【0043】◎:沈降を認めなかった。

○;わずかに沈降を認め、液高さ上部15%程度に透明 層があらわれた。

△;明らかに沈降を認め、液高さ上部30%程度に透明 層があらわれた。

×;明らかに沈降を認め、液高さ上部40%程度に透明 層があらわれた。

【0044】 (実施例3) 実施例1のインク組成物1. 0gを、直径6.5cmの円形に切ったインクジェット プリンタ用コート紙上に均一に塗布し、その揮発性を室 温に放置して、指触にて評価した。

(比較例2) 比較例1のインク組成物1.0gを、実施 例3と同様にコート紙上に塗布し、揮発性を評価した。

30 結果を表3に示す。 [0045]

【表3】

	実施例3	比較例2
30分後	0	×
60分後	0	, ×
120分後	©	Δ
150分後	0	0
210分後	0	©

【0046】◎;完全に乾燥状態。

○;指触時、僅かに湿り気を感じる。

△;指触時、湿り気を感じ、指先に組成物が少し付着す る。

×;指触時、指先に組成物がべっとりと付着し、乾燥状 態を感じられない。

【0047】以上の実施例および比較例の結果から、こ の発明のインク組成物は、先行技術として先に挙げた日 本印刷学会誌第29巻、第3号、第320~328頁

50 (1992年) に開示された灯油 (ケロシン) を分散媒

として用いたER流体からなるインク組成物に比べて優れた揮発性、優れた耐粒子沈降安定性を示し、インクジェット記録用インク組成物として好適であることがわかる。

[0048]

【発明の効果】以上説明したように、本発明のインクジェット記録用インク組成物は、上記一般式(I)で表され、25℃における比重が1.00~1.50で、沸点が50~300℃である揮発性フッ素変性シリコーンオイル中にER粒子を分散した粒子分散型ER流体を含有 10するものであるので、優れた揮発性と優れた耐粒子沈降安定性を示し、インクジェット記録用インク組成物として好適なものである。

【0049】また、ER粒子として、有機高分子化合物

12

からなる芯体と電気レオロジー効果を有する無機物からなる表層とからなる無機・有機複合粒子を用いれば、極めて高いER効果が得られるため、インク組成物のノズルからの噴射を正確かつ確実に制御することができ、高品位の印刷物を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

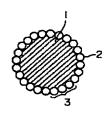
【図1】 本発明のインク組成物に用いられるER粒子の好適例である無機・有機複合粒子の構造を模式的に示す断面図である。

【図2】 ER流体をインクとして使用するインクジェット記録方式の原理を示す概略断面図である。

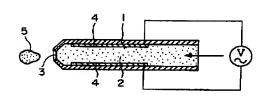
【符号の説明】

1…ノズル、2…インク、4…電極

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72) 発明者 岡村 恵太

東京都板橋区蓮根3丁目25番3号 藤倉化成株式会社内

(72) 発明者 峯村 正彦

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1-10 信 越化学工業株式会社シリコーン電子材料技 術研究所内

(72) 発明者 山本 昭

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1-10 信 越化学工業株式会社シリコーン電子材料技 術研究所内